

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
25. März 2004 (25.03.2004)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2004/024668 A3

(51) Internationale Patentklassifikation⁷: C07C 209/86,
211/36

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2003/008831

(22) Internationales Anmeldedatum:
8. August 2003 (08.08.2003)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
102 36 674.8 9. August 2002 (09.08.2002) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme
von US): BASF AKTIENGESellschaft [DE/DE];
67056 Ludwigshafen (DE).

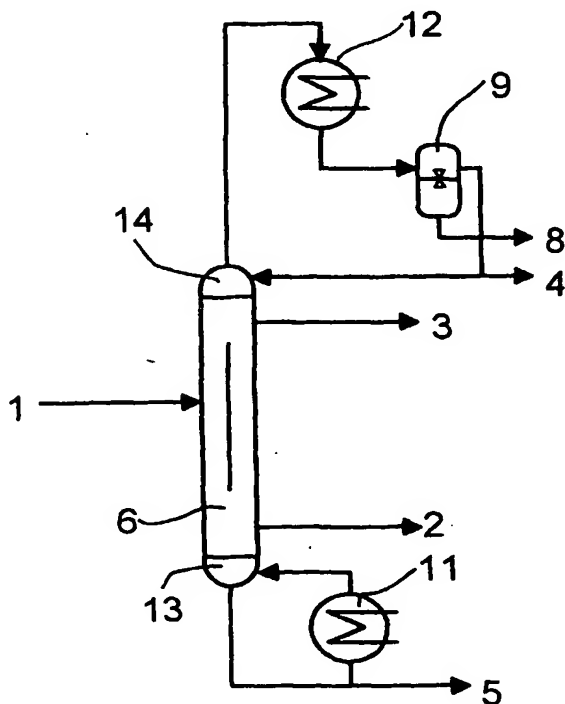
(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): FUNKE, Frank
[DE/DE]; Neustadter Ring 96, 67067 Ludwigshafen
(DE). HILL, Thomas [DE/DE]; Karl-Dillinger-Str.
41, 67071 Ludwigshafen (DE). VON WATZDORF,
Jobst, Rüdiger [DE/DE]; Schwarzwaldstrasse 69, 68163
Mannheim (DE). MATTMANN, Wolfgang [DE/DE];
Albert-Schweitzer-Strasse 29, 67117 Limburgerhof (DE).
HARDER, Wolfgang [DE/DE]; Bergwaldstr. 16, 69469
Weinheim (DE). HENKES, Erhard [DE/DE]; Kurt-Schu-
macher-Str.1, 64683 Einhausen (DE). LITTMANN,
Gerd [DE/DE]; Wintergasse 120, 69469 Weinheim (DE).
JULIUS, Manfred [DE/DE]; Albert-Einstein-Allee 13a,
67117 Limburgerhof (DE).

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING IPDA WITH A HIGH CIS/TRANS ISOMER RATIO BY DISTILLATION

(54) Bezeichnung: DESTILLATIVE VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON IPDA MIT EINEM HOHEN CIS/TRANS-ISOMERENVERHÄLTNIS



(57) Abstract: The invention relates to a method for obtaining 3-aminomethyl-3,5,5-trimethyl cyclohexylamine (isophorone diamine, IPDA) with a cis/trans isomer ratio of at least 73/27 by fractional distillation. Said method comprises the following steps: a) preparation of IPDA with a cis/trans isomer ratio < 73/27; b) introduction of IPDA into the central zone of a packed distillation column and distillation of the IPDA in said column at a temperature of between 5 and 300 °C and a pressure of between 10 and 2000 mbar; c) optional additional purification of the IPDA obtained in step b) by distillation in at least one additional column. According to said method, the IPDA from step a) is separated by means of steps b) and c) into at least five fractions ia) to iv): ia) the organic portion of a fraction of impurities that have a lower boiling point than trans-IPDA, ib) the aqueous portion of a fraction of impurities that have a lower boiling point than trans-IPDA, ii) a fraction of impurities that have a higher boiling point than cis-IPDA, iii) an IPDA fraction with a cis/trans isomer ratio $\geq 73/27$ and iv) an IPDA fraction with a cis/trans isomer ratio $\leq 66/34$.

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Gewinnung von 3-Aminomethyl-3,5,5-trimethyl cyclohexylamin (Isophorondiamin, IPDA) mit einem cis/trans-Isomerenverhältnis von mindestens 73/27 durch fraktionierte Destillation, welches folgende Schritte enthält: a) Bereitstellen von IPDA mit einem cis/trans-Isomerenverhältnis < 73/27; b) Einleiten von IPDA in den mittleren Bereich einer Destillationskolonne mit Einbauten und Destillieren des IPDA in dieser Destillationskolonne bei einer Temperatur . von 5 bis 300°C und

einem Druck von 10 bis 2000 mbar;

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]



(74) **Anwalt:** ISENBRUCK, Günter; Isenbruck Bösl
Hörschler Wichmann Huhn, Theodor-Heuss-Anlage 12
68165 Mannheim (DE).

TM), europäisches Patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(81) **Bestimmungsstaaten (national):** AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht

(88) **Veröffentlichungsdatum des internationalen
Recherchenberichts:**

14. Oktober 2004

(84) **Bestimmungsstaaten (regional):** ARIPO Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW),
eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ,

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

c) gegebenenfalls weiteres Aufreinigen des durch Schritt b) erhaltenen IPDA durch Destillieren in mindestens einer weiteren Kolonne; wobei durch die Schritte b) und c) eine Auftrennung des in Schritt a) eingesetzten IPDA in mindestens fünf Fraktionen ia) bis iv) erfolgt: ia) der organische Anteil einer Fraktion niedriger als trans-IPDA siedender Verunreinigungen, ib) der wässrige Anteil einer Fraktion niedriger als trans-IPDA siedender Verunreinigungen, ii) eine Fraktion höher als cis-IPDA siedender Verunreinigungen, iii) eine IPDA-Fraktion mit einem cis/trans-Isomerenverhältnis $\geq 73/27$ und iv) eine IPDA-Fraktion mit einem cis/trans-Isomerenverhältnis $\leq 66/34$.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/EP 03/08831

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 C07C209/86 C07C211/36

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 7 C07C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the International search (name of data base and, where practical, search terms used)
PAJ, WPI Data, EPO-Internal, CHEM ABS Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	DE 43 43 891 A (DEGUSSA) 29 June 1995 (1995-06-29) cited in the application siehe Beispiel und page 2, line 35 -page 3, line 9 ---	1-9
Y	DE 42 11 454 A (DEGUSSA) 7 October 1993 (1993-10-07) cited in the application page 2, line 58 - line 62 -----	1-9

☐ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *&* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

24 March 2004

Date of mailing of the international search report

01/04/2004

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Mercey, J

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 03/08831

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
DE 4343891	A	29-06-1995	DE 4343891 A1	29-06-1995
			AT 156801 T	15-08-1997
			DE 59403724 D1	18-09-1997
			DK 659733 T3	05-01-1998
			EP 0659733 A1	28-06-1995
			JP 7206787 A	08-08-1995
			SG 46215 A1	20-02-1998
			US 5583260 A	10-12-1996
DE 4211454	A	07-10-1993	DE 4211454 A1	07-10-1993
			CA 2093374 A1	07-10-1993
			EP 0564818 A2	13-10-1993
			JP 6041276 A	15-02-1994
			US 5373068 A	13-12-1994

INTERNATIONALER RESEARCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 03/08831

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
IPK 7 C07C209/86 C07C211/36

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RESEARCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
IPK 7 C07C

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

PAJ, WPI Data, EPO-Internal, CHEM ABS Data

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
Y	DE 43 43 891 A (DEGUSSA) 29. Juni 1995 (1995-06-29) in der Anmeldung erwähnt siehe Beispiel und Seite 2, Zeile 35 -Seite 3, Zeile 9	1-9
Y	DE 42 11 454 A (DEGUSSA) 7. Oktober 1993 (1993-10-07) in der Anmeldung erwähnt Seite 2, Zeile 58 - Zeile 62	1-9



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

Z Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

24. März 2004

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

01/04/2004

Name und Postanschrift der internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Mercey, J

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationaler Aktenzeichen

PCT/EP 03/08831

Im Recherchenbericht angeführtes Patentedokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
DE 4343891	A	29-06-1995	DE 4343891 A1	29-06-1995
			AT 156801 T	15-08-1997
			DE 59403724 D1	18-09-1997
			DK 659733 T3	05-01-1998
			EP 0659733 A1	28-06-1995
			JP 7206787 A	08-08-1995
			SG 46215 A1	20-02-1998
			US 5583260 A	10-12-1996
DE 4211454	A	07-10-1993	DE 4211454 A1	07-10-1993
			CA 2093374 A1	07-10-1993
			EP 0564818 A2	13-10-1993
			JP 6041276 A	15-02-1994
			US 5373068 A	13-12-1994